

日 本 国 特 許 庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application:

1999年 7月13日

出 願 番 号  
Application Number:

平成11年特許願第199110号

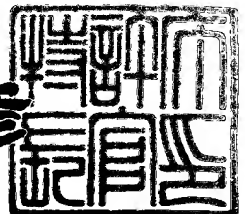
出 願 人  
Applicant(s):

信越化学工業株式会社

2000年 2月25日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Patent Office

近 藤 隆 彦



出証番号 出証特2000-3010806

【書類名】 特許願

【整理番号】 B109144P

【提出日】 平成11年 7月13日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B01D 46/00

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 小出 弘行

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 畑山 和久

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 飛坂 優二

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 萩野 剛

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 島田 忠克

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 平沢 秀夫

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代表者】 金川 千尋

【代理人】

【識別番号】 100088306

【弁理士】

【氏名又は名称】 小宮 良雄

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 014719

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9100514

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 石英ガラスの原料ガス供給系

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 気相合成される石英ガラスの原料ガスの供給源から石英ガラス合成装置への該原料ガスの供給経路途中に、該供給経路の原料ガス通過断面積より小さな透過孔を有する不純異物除去フィルタと、原料ガス流量制御装置とが配置されている石英ガラスの原料ガス供給系。

【請求項 2】 前記不純異物除去フィルタが、前記原料ガス供給源と前記原料ガス流量制御装置との間に配置されていることを特徴とする請求項 1 に記載の石英ガラスの原料ガス供給系。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、石英ガラスを気相合成する際に用いられ、石英ガラスの原料ガスを石英ガラス合成装置へ供給する系に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

テトラクロロシランやテトラクロロゲルマニウムを酸水素火炎中に供給して加水分解させ、生成したガラス微粒子を出発部材上に堆積させたり種結晶に成長させることによって、光ファイバの原材である石英多孔質ガラス母材や、半導体フォトマスクの原材である合成石英が製造されている。

【0003】

テトラクロロシラン等の石英ガラス原料液は気化装置でガス化される。この原料ガスは、マスフローコントローラー（流量制御装置）により流量が制御されつつ、石英ガラス合成装置である酸水素火炎バーナへ供給されている。流量制御装置内のガス流路途中に有する細管や流量制御弁の原料ガス通過部位は細く狭いため、原料ガスと水分との反応で生じたゲル状物質や原料ガスに混在している不純微粒子の不純異物による目詰まりを起しやすい。目詰まりを起すと、原料ガスの適切な流量制御ができなくなり、原料ガスの流量変動を起してしまう。その結果

、酸水素火炎中でガラス微粒子が均質に生成されず、ガラス微粒子の堆積密度が不均一となる。さらに不純異物が石英ガラス合成装置へ達すると、ガラス微粒子の純度が低下したり、得られた多孔質ガラス母剤を焼結して透明ガラス化させたときにガラス中に気泡が発生してしまう。

【0004】

目詰まりを起した構成部品は度々交換しなければならない。交換の際に原料ガスが外気の水分と接触するとゲル状物質や腐食性ガスを生成し新たな目詰まりの原因となるので、ガス流路を原料ガスに完全に置換する必要があり、操作が煩雑で、生産性が低かった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は前記の課題を解決するためなされたもので、目詰まりを起すことなく、高純度な石英ガラスの原料ガスを、長期間安定して石英ガラス合成装置へ供給するための系を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】

前記の目的を達成するためになされた本発明の石英ガラスの原料ガス供給系は、実施例に対応する図面を参照して説明すると以下のとおりである。

【0007】

石英ガラスの原料ガス供給系は、図1に示すとおり、気相合成される石英ガラスの原料ガスの供給源から石英ガラス合成装置4への原料ガスの供給経路1途中に、供給経路1の原料ガス通過断面積より小さな透過孔を有する不純異物除去フィルタ2と、原料ガス流量制御装置3とが配置されている。

【0008】

この不純異物除去フィルタ2は、原料ガス供給源と、原料ガス流量制御装置3との間に配置されていることが好ましい。この不純異物除去フィルタ2の有する孔は、径がゲル状物質や不純微粒子の不純異物より小さいため、原料ガス中の不純異物を濾過により除去することができる。そのため、原料ガス流量制御装置は、不純異物による目詰まりを起さず、一定流量の原料ガスを長期間安定して石英

ガラス合成装置へ供給することができる。したがって、石英ガラス合成装置により均質なガラス微粒子が生成され、高品質な石英ガラスが得られる。

【0009】

不純異物除去フィルタ2が、ポリテトラフルオロエチレン製メンブレンフィルタ、ステンレス焼結体、またはセラミックフィルタからなることで好適に実施できる。ポリテトラフルオロエチレン製メンブレンフィルタは、透過孔の孔径が0.1~10 $\mu$ mの膜状フィルタである。ステンレス焼結体は、ステンレス製の繊維、またはステンレス粉の焼結体であって、透過孔の孔径が0.1~100 $\mu$ mである。セラミックフィルタは、透過孔の孔径が0.1~100 $\mu$ mのセラミック焼結体である。

【0010】

この原料ガスの供給系がステンレス製であると、機械的強度および化学的安定性に優れている。

【0011】

石英ガラス合成装置4が、多孔質ガラス母材形成用火炎バーナであると、均質で不純異物を含まない多孔質ガラス母材等の石英ガラスを形成することができるため、好ましい。

【0012】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施例を詳細に説明する。

図1は、本発明を適用する石英ガラスの原料ガス供給系の実施例を示すブロック図である。

【0013】

石英ガラスの原料ガス供給系は、石英ガラス原料液の気化装置（不図示）から、石英ガラス合成装置である酸水素火炎バーナ4に至る原料ガスの供給経路1の途中に、不純異物除去フィルタ2、ガス流量制御装置3がこの順で配置されている。

【0014】

図2は不純異物除去フィルタ2の構成ユニットを示す図である。

不純異物除去フィルタ 2 内に配置されたポリテトラフルオロエチレン製メンブレンフィルタ 14 a・14 b は、供給経路の原料ガス通過断面積より小さな孔を有している。

【0015】

メンブレンフィルタ 14 a は、通気孔 16 a を有するフッ素樹脂製の膜支持体 15 a に取り付けられている。メンブレンフィルタ 14 a の中央部にフッ素樹脂製の分流体 12 が取り付けられている。膜支持体 15 a の通気孔 16 a の外周の挿入された別なメンブレンフィルタ 14 b が、通気孔 16 b を有するフッ素樹脂製の別な膜支持体 15 b に取り付けられている。メンブレンフィルタ 14 a・14 b と、分流体 12 や膜支持体 15 a・15 b とは、隙間を生じないように接着剤または挟込みにより、固定されている。膜支持体 15 a・15 b は、ステンレス製のハウジング 11 および 17 内に収められている。膜支持体 15 a は通気小孔の開いた突起 18 により、また膜支持体 15 b は突起 23 により、ハウジング 11・17 に固定されている。膜支持体 15 b の通気孔 16 b の外周はハウジング 17 と密着している。ハウジング 11・17 は、各々が有しているフランジ 20・21 をボルト 19 およびナット 22 で締めつけることにより固定され、内部が外界と遮断されている。

【0016】

原料ガス供給経路 1 のガス供給先の酸水素火炎バーナ 4 は、水素ガスと酸素ガス供給に繋がっている。

【0017】

石英ガラスの原料ガス供給系は、以下のように使用する。

図 1 に示すように原料液であるテトラクロロシランおよびテトラクロロゲルマニウムの気化装置から発生した原料ガスが、ガス供給経路 1 を経て、不純異物除去フィルタ 2 内を流れる。図 2 に示すように原料ガスは、不純異物除去フィルタ 2 内で、分流体 12 により分流される。一部の原料ガスは膜支持体 15 a のメンブレンフィルタ 14 a を通過し膜支持体 15 a の通気孔 16 a へ流れる。一部の原料ガスは膜支持体 15 a の突起 18 の通気小孔を経て、膜支持体 15 b のメンブレンフィルタ 14 b を通過し膜支持体 15 b の通気孔 16 b へ流れる。メンブ

レンフィルタ 14 a・14 b を通過するとき、原料ガスに含まれるゲル状物質や不純微粒子の不純異物 13 は濾過により除去される。不純異物の除去された原料ガスは、ガス流量制御装置 3 で流量を制御され、所定のガス流量が酸水素火炎バーナ 4 へ流れる。バーナ 4 の火炎 5 によりガラス微粒子が形成され、堆積すると光ファイバの原材となる多孔質ガラス母材 6 が得られる。

#### 【0018】

上記の実施例にしたがって、多孔質ガラス母材を試作した。フィルタとして、孔径が  $0.5\ \mu\text{m}$  のポリテトラフルオロエチレン製メンブレンフィルタを用いた。ガス流量制御装置内のガス流量測定部は、ガス経路の細管および流量センサが内径  $200\ \mu\text{m}$  のステンレス管、最大開口孔径  $1000\ \mu\text{m}$  の電磁弁を有するものを用いた。テトラクロロシランとテトラクロロゲルマニウムとの混合ガスの圧力を  $0.1\text{MPa}$  とし流量を調整しながら、連続して  $8000$  時間稼動させて多孔質ガラス母材を試作したが、目詰まりの発生はなく、安定してバーナへガスを供給することができた。

#### 【0019】

なお、この供給系は石英ガラスの原料ガスの供給に用いる例について示したが、石英ガラス合成装置へ、可燃性ガス例えば水素、支燃性ガス例えば酸素、不活性ガス例えば窒素やアルゴンを供給する配管に用いてもよい。

#### 【0020】

##### 【発明の効果】

以上、詳細に説明したように本発明の石英ガラスの原料ガス供給系を用いると、原料ガス中の不純異物が除去できるので、ガス流量制御装置内の細管や弁が詰まらず、安定して所定流量の原料ガスを石英ガラス合成装置へ供給することができる。さらに不純異物が石英ガラス合成装置へ流入しない。そのため、均質で不純異物を含まない多孔質ガラス母材や石英が得られ、高品質な光ファイバや半導体フォトマスクを製造することができる。

##### 【図面の簡単な説明】

##### 【図1】

本発明を適用する石英ガラスの原料ガス供給系の実施例を示すブロック図であ



る。

【図 2】

本発明を適用する石英ガラスの原料ガス供給系の実施例の要部を示す図である。

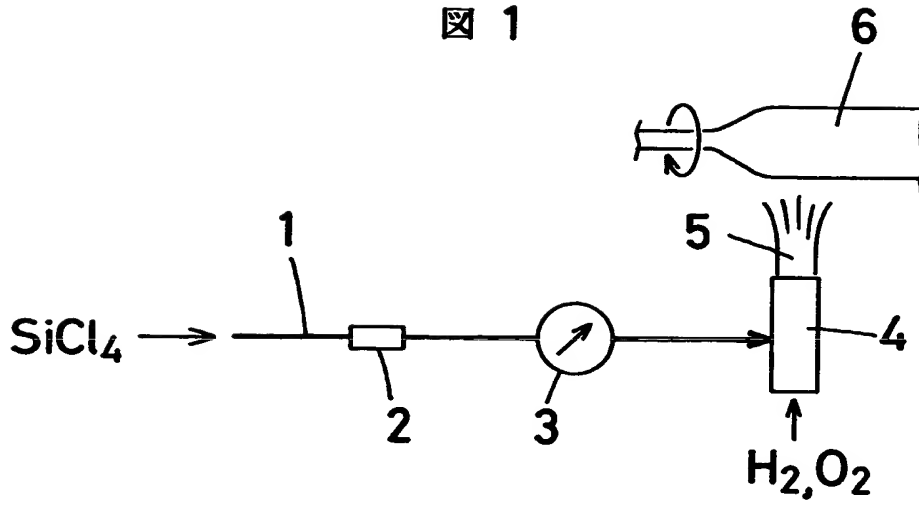
【符号の説明】

1 はガス供給経路、2 は不純異物除去フィルタ、3 はガス流量制御装置、4 は酸水素バーナ、5 は火炎、6 は多孔質ガラス母材、11 はハウジング、12 は分流体、13 は不純異物、14 a・14 b はメンブレンフィルタ、15 a・15 b は膜支持体、16 a・16 b は通気孔、17 はハウジング、18 は突起、19 はボルト、20・21 はフランジ、22 はナット、23 は突起である。

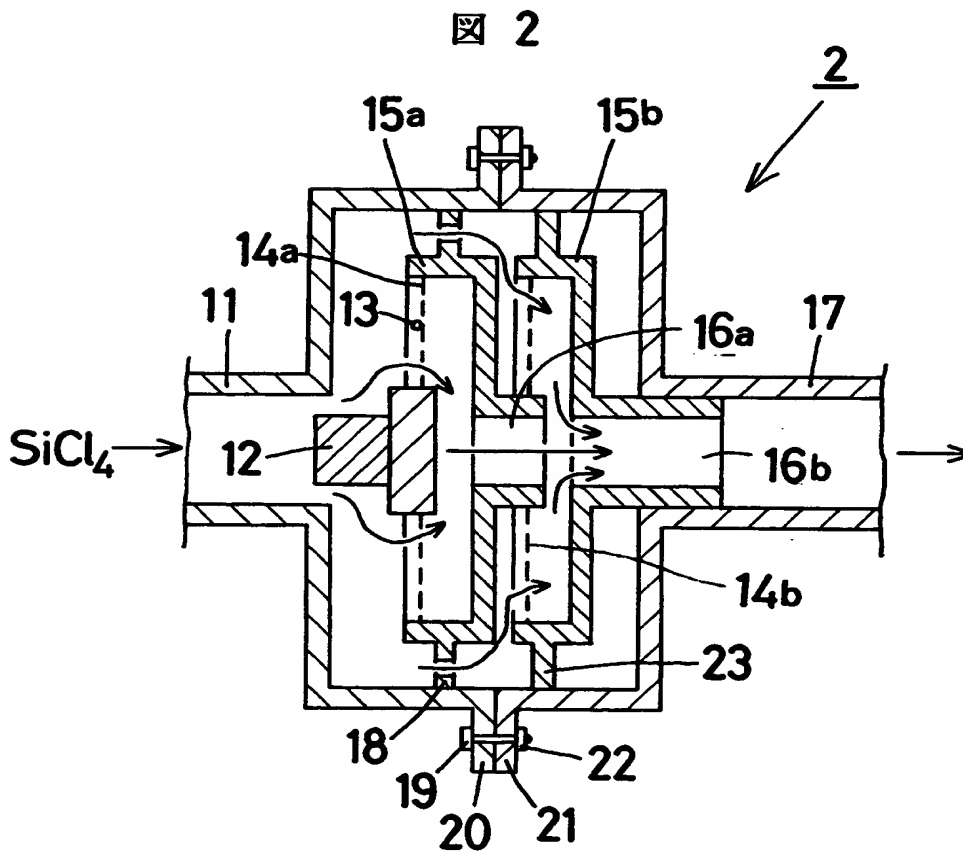
【書類名】

図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】                      要約書

【要約】

【課題】

目詰まりを起すことなく、高純度な石英ガラスの原料ガスを、長期間安定して石英ガラス合成装置へ供給するための系を提供する。

【解決手段】

石英ガラスの原料ガス供給系は、気相合成される石英ガラスの原料ガスの供給源から石英ガラス合成装置 4 への原料ガスの供給経路 1 途中に、供給経路 1 の原料ガス通過断面積より小さな透過孔を有する不純異物除去フィルタ 2 と、原料ガス流量制御装置 3 とが配置されている。

【選択図】                      図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002060]

1. 変更年月日 1990年 8月22日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区大手町二丁目6番1号

氏 名 信越化学工業株式会社